

(19)



JAPANESE PATENT OFFICE

## PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11) Publication number: **05106168 A**(43) Date of publication of application: **27.04.93**

(51) Int. Cl.

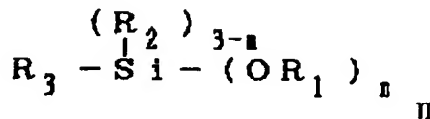
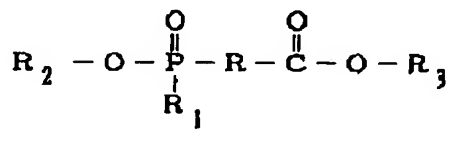
**D06M 13/513****A47C 27/12****B68G 11/02****D01F 6/62****D01F 6/84****D04H 1/02****D06M 15/647**(21) Application number: **03293853**(22) Date of filing: **15.10.91**(71) Applicant: **TEIJIN LTD**(72) Inventor: **TATSUOKA YASUNORI  
TANAKA MAKOTO  
KIMURA AKIRA****(54) FLAME-RETARDANT POLYESTER FIBER FOR  
WADDING****(57) Abstract:**

**PURPOSE:** To obtain the subject fiber having flame retardancy and excellent softness and smoothness by treating a flame-retardant polyester fiber copolymerized with a specific amount of a specific phosphorus compound with a silicone-based softening and smoothing agent.

**CONSTITUTION:** A polyester fiber for wadding having excellent flame-proofness, etc., is produced from a composition obtained by compounding (A) a flame-retardant polyester fiber containing ethylene terephthalate as the main constituent unit of the fiber and copolymerized with 0.3-1.5wt.% (in terms of phosphorus element) of a phosphorus compound of formula I (R is saturated, open-chain or cyclic alkylene, arylene or aralkylene residue; R<sub>1</sub> is 1-6C alkyl, aryl or aralkyl; residues R and/or R<sub>1</sub> may contain one or more hetero atoms, especially F, Cl, Br, O, etc.; R<sub>2</sub> and R<sub>3</sub> are 1-18C alkyl, aryl or H) with (B) 10-85-wt.% of an aminosiloxane, (C) 10-85wt.% of a terminal-hydroxyl polysiloxane containing hydroxyl group bonded to terminal silicon and (D) 5-25wt.% of an alkoxysilane of formula II (R<sub>1</sub> and R<sub>2</sub> are alkyl; R<sub>3</sub> is

alkyl, etc., alkyl substituted with one or more reactive groups, etc.; (n) is 1-3).

COPYRIGHT: (C)1993,JPO&amp;Japio



(19)日本国特許庁(JP)

(12) 公開特許公報(A)

(11)特許出願公開番号

特開平5-106168

(43)公開日 平成5年(1993)4月27日

(51)Int.Cl. <sup>5</sup>	識別記号	庁内整理番号	F I	技術表示箇所
D 0 6 M 13/513				
A 4 7 C 27/12		6908-3K		
B 6 8 G 11/02		6908-3K		
		7199-3B	D 0 6 M 15/ 647	
		7199-3B	13/ 50	
審査請求 未請求 請求項の数 1(全 5 頁) 最終頁に続く				

(21)出願番号 特願平3-293853

(22)出願日 平成3年(1991)10月15日

(71)出願人 000003001

帝人株式会社

大阪府大阪市中央区南本町1丁目6番7号

(72)発明者 立岡 康則

大阪府茨木市耳原3丁目4番1号 帝人株式会社大阪研究センター内

(72)発明者 田中 信

大阪府茨木市耳原3丁目4番1号 帝人株式会社大阪研究センター内

(72)発明者 木村 章

愛媛県松山市北吉田町77番地 帝人株式会社松山事業所内

(74)代理人 弁理士 前田 純博

(54)【発明の名称】 詰綿用難燃ポリエステル繊維

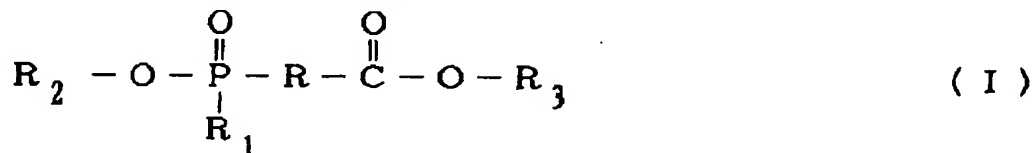
(57)【要約】

【目的】 本発明の目的は難燃性と優れた柔軟平滑性を兼ね備えた詰綿用ポリエステル繊維を提供することにある。

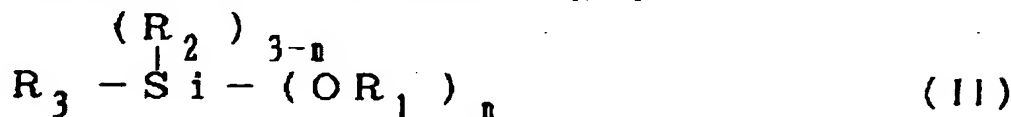
【構成】 主たる構成単位がエチレンテレフタレートであり特定のリン化合物をリン元素として0.3～1.5重量%共重合している難燃性ポリエステル繊維にアミノポリシロキサン10～85重量%、末端の珪素と結合したヒドロキシル基を有する末端ヒドロキシポリシロキサン10～85重量%及び特定のアルコキシシラン化合物5～25重量%からなる組成物を0.1～3重量%付着させてなる詰綿用難燃ポリエステル繊維。

## 【特許請求の範囲】

【請求項1】 主たる構成単位がエチレンテレフタレートであり下記一般式I（化1）で表されるリン化合物をリン元素として0.3～1.5重量%共重合している難燃性ポリエステル繊維にアミノポリシロキサン10～85重量%、末端の珪素と結合したヒドロキシル基を有す\*



（但しRは飽和、開鎖状又は環状アルキレン、アリーレン又はアルアルキレン残基を、R<sub>1</sub>は6個迄のC原子を有するアルキル基、アリール基又はアルアルキル基を意味する。また、残基R及び/又はR<sub>1</sub>は1個又は多数個※



（但し、R<sub>1</sub>及びR<sub>2</sub>はアルキル基、R<sub>3</sub>はアルキル基、アルケニル基、アリール基、1個以上の反応性基で置換されたアルキル基又は1個以上の反応性基で置換されたアルケニル基、nは1～3の整数である。）

## 【発明の詳細な説明】

## 【0001】

【産業上の利用分野】 本発明は詰綿用ポリエステル繊維、詳しくはカルボキシホスフィン酸で変性された難燃性ポリエステル繊維をシリコン系柔軟平滑剤で処理した難燃性、平滑性、柔軟性に優れた詰綿用ポリエステル 30 繊維に関する。

## 【0002】

【従来の技術】 従来より詰綿、特に布団等の詰綿として木綿、ウール、羽毛等が使用され、特に羽毛は平滑性と柔軟性が特に優れているためこれを使用した布団は極めて優れた風合を呈し高級布団として用いられる。

【0003】 近年、ポリエステル繊維が取扱い性が容易で軽く保温性にも優れていることから詰綿として使用されているが、風合がやや粗硬で弾性、反撥性に若干乏しいため、シリコン系の柔軟平滑剤で処理して対応して 40 いる。

【0004】 一方、近年人命尊重、火災予防の観点から布団、詰綿についても難燃化の要求が高まってきている。ポリエステル繊維自体は可燃性ではあるが木綿、ポリプロピレン繊維のように易燃性ではないので、詰綿の防災規格である45°メセナミン法では熔融し単に穴があくだけに留まり防災規格に合格する。

【0005】 しかし、上記のシリコン系柔軟平滑剤で処理した詰綿は接炎又は着炎すると、架橋し3次元化しているシリコン化合物が不融化し蠟燭の芯の役目を果 50

\* する末端ヒドロキシポリシロキサン10～85重量%及び下記一般式II（化2）で表されるアルコキシシラン化合物5～25重量%からなる組成物を0.1～3重量%付着させてなる詰綿用難燃ポリエステル繊維。

## 【化1】

※のヘテロ原子殊にF、Cl、Br、O及びSを含有してもよい。R<sub>2</sub>、R<sub>3</sub>は炭素数が1～18のアルキル基、アリール、又は水素原子を表す。）

## 【化2】

たしポリエステル繊維の熔融性を妨げるのでポリエステル繊維は非常に燃え易くなり、防災規格に不合格となる。

【0006】 ポリエステル繊維の難燃化技術としては成形後、リン、ハロゲン系難燃剤を付与する後加工法、成形時に添加するブレンド法、重合時に添加する共重合法等が知られている。しかし後加工法、ブレンド法、共重合法等で難燃剤を付与した難燃ポリエステル繊維でもシリコン処理するといずれの場合も非常に燃え易くなり 50 防災規格に不合格となる。

【0007】 従って難燃性と柔軟平滑性とを兼ね備えたポリエステル繊維製詰綿はまだ開発されていないのが実状である。

【0008】 そこで本発明者等はかかる課題を解決するために鋭意検討した結果、理由は明かではないがカルボキシホスフィン酸で変性した難燃ポリエステル繊維はシリコン系柔軟平滑剤で処理しても優れた難燃性を示すことを見出し本発明に到達したものである。

## 【0009】

【発明の目的】 即ち、本発明の目的は難燃性と優れた柔軟平滑性とを兼ね備えた詰綿用ポリエステル繊維を提供することにある。

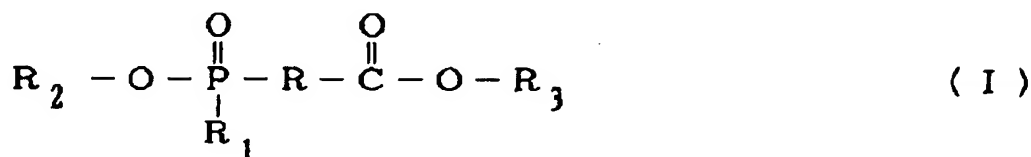
## 【0010】

【発明の構成】 即ち本発明は「主たる構成単位がエチレンテレフタレートであり下記一般式I（化3）で表されるリン化合物をリン元素として0.3～1.5重量%共重合している難燃性ポリエステル繊維にアミノポリシロキサン10～85重量%、末端の珪素と結合したヒドロキシル基を有する末端ヒドロキシポリシロキサン10～85重量%及び下記一般式II（化4）で表されるアルコ

キシシラン化合物5～25重量%からなる組成物を0.1～3重量%付着させてなる詰綿用難燃ポリエステル繊維。

\*【0011】

【化3】



【0012】（但しRは飽和、開鎖状又は環状アルキレン、アリーレン又はアルアルキレン残基を、R<sub>1</sub>は6個迄のC原子を有するアルキル基、アリール基又はアルアルキル基を意味する。また、残基R及び／又はR<sub>1</sub>は1個又は多数個のヘテロ原子殊にF、Cl、Br、O及び※

※Sを含有してもよい。R<sub>2</sub>、R<sub>3</sub>は炭素数が1～18のアルキル基、アリール、又は水素原子を表す。）

【0013】

【化4】

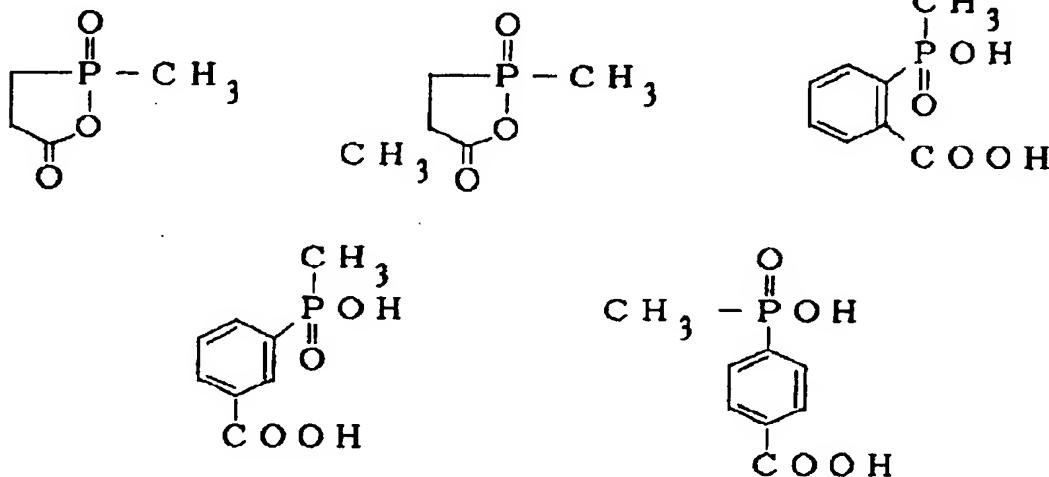


【0014】（但し、R<sub>1</sub>及びR<sub>2</sub>はアルキル基、R<sub>3</sub>はアルキル基、アルケニル基、アリール基、1個以上の反応性基で置換されたアルキル基又は1個以上の反応性基で置換されたアルケニル基、nは1～3の整数である。）である。

★【0015】一般式Iで示されるリン化合物の具体例としては例えば下記の2-カルボキシエチル-メチルホスフィン酸及びその環状無水物など（化5）がある。

【0016】

【化5】



【0017】リン化合物はリン元素として0.3～1.5重量%共重合する必要がある。0.3重量%未満では十分な防炎性が得られない。1.5重量%を越えるとポリマーが着色したり、強力、高性、反撥性等の物性が低下する。

【0018】繊維の太さは、詰綿用としては高性の点より1.5～20デニール、好ましくは2～16デニールである。異なるデニールのものを混用してもよい。

【0019】繊維の捲縮数（山／25mm）は取扱い性及び平滑性の点から5～14、好ましくは7～11である。

【0020】捲縮の付与方法は通常の押し込みクリンパ

一、異方冷却による立体捲縮法等で行える。

【0021】繊維の断面形状は円形に限らず、中空、三角、その他異型断面でもよい。

【0022】本発明で用いるアミノポリシロキサンケイ素原子と結合する基はアミノ基を有するアミノアルキル基以外は炭素数1～3のアルキル基が好ましい。

【0023】また末端ヒドロキシポリシロキサンのケイ素原子と結合する基は炭素数1～3のアルキル基又は炭素数6～10のアリール基が好ましい。

【0024】アルコキシシランは前記の一般式IIで表される範囲のものでよいが一般式中のR<sub>1</sub>及びR<sub>2</sub>は炭素数6～10のアリール基が好ましい。

【0025】これらの3成分系の含有割合はアミノポリシロキサン10～85重量%、末端ヒドロキシポリシロキサン10～85重量%、アルコキシシラン化合物5～25重量%である。

【0026】アミノポリシロキサンの含有割合が10重量%よりも少なく且つ末端ヒドロキシポリシロキサンの含有割合が85重量%より多い場合は柔軟性及び反撥性が不十分である。

【0027】アミノポリシロキサンの含有割合が85重量%よりも多く且つ末端ヒドロキシアミンの含有割合が10重量%少ない場合は平滑性が不十分である。

【0028】アルコキシシランの含有割合が5重量%より少ない場合は繊維上における架橋反応が不十分で初期の効果が得られない。

【0029】アルコキシシランの含有割合が25重量%よりも多い場合は、柔軟性や、平滑性が損なわれる。

【0030】シリコン系処理剤は通常アニオン、カチオン、ノニオン系の活性剤を用いてエマルジョンとして使用するのが望ましい。

【0031】繊維へのシリコン系処理剤の付与方法は繊維の製造工程中、加工工程中どちらでもよくスプレー法、浸漬法、ローラータッチ法等のいずれでもよい。

【0032】付与量は0.1～3.0重量%、好ましくは0.3～0.8%である。

【0033】処理後の熱処理は、100～170℃で10～60分間、好ましくは120～150℃で20～40分間である。

【0034】

【発明の効果】本発明によれば、防炎性、柔軟平滑性に優れた詰綿用ポリエステル繊維が得られる。

【0035】次に実施例により、本発明を詳しく説明す\*

\*る。なお、実施例における部は全て重量部を示し、諸特性の評価は以下の測定法によった。

(1) 防炎性：消防法防炎製品の性能試験基準の中綿の防炎試験法(45°メセナミンバスケット法：合格基準は平均炭化長が100mm以下で且つ最大値が120mm以下。

(2) 平滑性：次の評価基準により触感判定により評価した。

【0036】1級：羽毛より良好、2級：羽毛より劣る、3級：羽毛より著しく劣る。

【0037】

【実施例1～3、比較例1～2】2-カルボキシエチル-メチルホスフィン酸の環状無水物2-メチル-2,5-ジオキソ-1-オキソ-2-ホスホランをリンとして0.70%共重合したポリエステル繊維を常法により紡糸延伸後押し込みクリンパーで捲縮数9個/2.5mmの捲縮を付与後カットして得た6デニール×6.4mmの難燃ポリエステル綿に下記の如くシリコン処理を実施した。4000cst(センチストローク)のアミノポリシロキサンの有効成分35%のエマルジョンと10000cstの末端ヒドロキシポリシロキサンの有効成分30%のエマルジョン及びN-(β-アミノエチル)-γ-アミノプロピルメチルジメトキシシランを表1の混合比(有効成分換算)になるように混合した原液を調合し、次いでこの原液を水で希釈して有効成分2%の処理用エマルジョン1000gを調整した。この処理用エマルジョンを難燃ポリエステル綿にスプレーにより付与した後150℃で30分間、乾燥、熱処理した。結果を表1、表2に示す。

【0038】

【表1】

	アミノ シリコン	末端ヒドロキシ シリコン	アルコキシ シリコン	付着率 (%)
実施例1	45	50	5	0.4
" 2	45	50	5	0.6
" 3	45	50	5	0.8
比較例1	5	95	5	0.6
" 2	90	5	5	0.6

【0039】

【表2】

	防炎性		平滑性	柔軟性
	炭化長	判定		
実施例 1	85	○	1 級	1 級
" 2	90	○	1 級	1 級
" 3	92	○	1 級	1 級
比較例 1	90	○	1 級	2 級
" 2	90	○	2 級	1 級

## 【0040】

【比較例3】実施例1で用いた難燃ポリエステル繊維の代りに難燃剤を含まない普通のポリエステル繊維に防炎剤としてヘキサブромシクロドデカンの45%水分散体を20%owf 使用し130℃で45分間処理した。後加工難燃ポリエステル綿（防炎剤付着率は4.5%）を使用した以外は実施例1と全く同様に処理した。結果を表3、表4に示す。

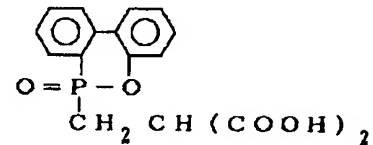
## 【0041】

【比較例】実施例1で用いた難燃ポリエステル繊維の代りにポリエステルの酸成分として下式（化6）で示されるカルボン酸をリンとして0.7%共重合した難燃ポリ\*

\* エステル繊維を用いた以外は実施例1と全く同様に処理した。結果を表3、表4に示す。

## 【0042】

## 【化6】



20

## 【0043】

## 【表3】

	アミノ シリコン	末端ヒドロキシ シリコン	アルコキシ シリコン	付着率 (%)
	シリコン	シリコン	シリコン	
比較例 3	45	50	5	0.4
" 4	45	50	5	0.4

## 【0044】

## 【表4】

	防炎性		平滑性	柔軟性
	炭化長	判定		
比較例 3	150	×	1 級	1 級
" 4	150	×	1 級	1 級

\* 炭化長150mmは全焼を表す。

フロントページの続き

(51) Int. Cl. 5

D 0 1 F 6/62  
6/84  
D 0 4 H 1/02  
D 0 6 M 15/647

識別記号 庁内整理番号  
3 0 2 A 7199-3B  
3 0 6 A 7199-3B  
7199-3B

F I

技術表示箇所